

薄层扫描法测定复方石韦片中苦参碱的含量

承德中药集团有限责任公司(067000)
中国药品生物制品检定所

董海荣*
杨 颖

摘 要 用薄层扫描法测定了复方石韦片中苦参碱的含量,方法简便、快速、重现性好,测定回收率为 97.70%, RSD 为 3.23%。

关键词 复方石韦片 苦参碱 薄层扫描法 含量测定

复方石韦片由石韦、苦参等中药组方制剂而成,具有清热消炎,燥湿利尿之功,临床上用于泌尿系感染,急慢性肾小球肾炎、肾盂肾炎、膀胱炎、尿道炎等。该产品为承德中药集团有限责任公司独家生产。为控制该药品的内在质量,采用薄层扫描法对复方石韦片中苦参碱进行了定量分析,其结果满意。

1 实验部分

1.1 仪器与试药:CS-930 型双波长薄层扫描仪(岛津),定量毛细管(岛津),高效薄层硅胶 G 板;苦参碱对照品(中国药品生物制品检定所),复方石韦片(承德中药集团有限责任公司);试剂均为 AR 级。

1.2 对照品溶液的制备:准确称取苦参碱对照品适量,加乙醇溶解制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液。

1.3 供试品溶液的制备:取本品 20 片,除去糖衣,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于 5 片的重量)置具塞锥形瓶中,精密加入 70%乙醇 50 mL,振摇,放置过夜,滤过,精密量取续滤液 25 mL,蒸干,精确加入 0.2%盐酸溶液 25 mL 使溶解,滤过,取续滤液 10 mL 加浓氨水 3 mL,用氯仿萃取 5 次,每次 10 mL,合并萃取液,蒸干,残渣加乙醇溶解,转移至 5 mL 量瓶内,加乙醇稀释至刻度,摇匀,备用。

1.4 薄层层析条件及扫描参数的测定:硅胶 G 预制薄层板,甲苯-丙酮-乙醇-浓氨水(10

:10:1:0.1)上行展开,喷稀碘化铋钾溶液显色。

扫描参数的选定:将层析显色后的斑点于 CS-930 型薄层扫描仪上在可见光区进行光谱扫描,选定 $\lambda_s=515\text{ nm}$, $\lambda_R=640\text{ nm}$, $S_x=3$,灵敏度中。

1.5 线性关系考察:准确吸取对照品溶液 2、3、4、5、6 μL 分别点于同一薄层板上,依法展开,显色并进行扫描,测定各斑点的面积,以点样量为横坐标,斑点面积积分值为纵坐标作图,结果表明苦参碱在 1.98~5.94 μg 间具有良好的线性关系,回归方程 $Y=60060.21X+1194.32$, $r=0.9998$ 。

1.6 精密度试验:用定量毛细管吸取对照品溶液 2 μL ,点相同浓度的 5 个点于同一块薄层板上,展开、显色、扫描,测量峰面积的 RSD 为 0.95%。

1.7 稳定性试验:取苦参碱对照品依法点样,按上述条件展开,显色后每隔 15 min 扫描 1 次,结果表明苦参碱显色后在 2 h 内稳定性良好, RSD 为 1.62%。

1.8 重现性试验:同一批样品,照上述方法重复提取测定 5 次,其含量分别为 3.34、3.48、3.40、3.24、3.36 毫克/片, $\bar{x}=3.36$ 毫克/片, $RSD=2.61\%$ 。

1.9 回收率试验:取已知含量的复方石韦片 1 g,精密称定,精密加入适量苦参碱对照品,依法提取测定,计算回收率,平均回收率为

* Address: Dong Hairong, Chengde Chinese Materia Medica Group Co. Ltd, Chengde

97.70%, RSD 为 3.23%。

1.10 样品测定:准确吸取供试品溶液 5 μL ,对照品溶液 2 μL 与 4 μL ,分别点于同一硅胶 G 板上,依法展开,显色扫描,测定各斑点的峰面积,用外标两点法计算含量,结果 3 批样品中苦参碱的含量为 1.94、2.17、1.76 毫克/片。

2 讨论

2.1 曾试验了用氨性氯仿与用 70%乙醇提

取样品进行比较,结果表明本实验采用的溶媒提取率高;又对超声波提取及浸泡过夜两种提取方式进行比较,结果表明,浸泡过夜的苦参碱提出率明显高于超声法。

2.2 苦参碱在薄层展开后要充分阴干,均匀地喷稀碘化铋钾溶液,盖上同样大小玻璃板,2 h 内完成扫描测定,以保证测定结果的准确性。

(1998-07-22 收稿)

Determination of Matrine in Fufangshiwei Tablet by TLCS

Dong Hairong and Yang Ying* (Chengde Traditional Chinese Medicine Group Corporation, Chengde 067000; *National Institute for the Control of Pharmaceutical and Biological Products, Beijing 100050)

Abstract Content of matrine in Fufangshiwei tablet, a compound tablet containing the Chinese herbal drugs Shiwei and Lightyellow Sophora (*Sophora flavescens* Ait.), was determined by TLCS. This method was found to be simple, quick and reproducible, with a recovery of 97.70% and RSD 3.23%.

Key words Fufangshiwei tablet TLCS determination of matrine

用大孔吸附树脂分离川芎总提物

国家中药品种保护审评委员会(北京 100021)

邓少伟*

中国药品生物制品检定所

马双成

摘要 川芎以乙醇回流提取减压浓缩,过大孔吸附树脂柱,先用水洗,再用 30%乙醇洗脱,收集 30%乙醇洗脱液,减压浓缩得川芎总提物,其中川芎嗪和阿魏酸的含量约占本品的 25%~29%以上,收率为 0.6%。

关键词 川芎总提物 提取分离 大孔树脂

川芎为伞形科植物川芎 *Ligusticum wallichii* Franch. 的根茎^[1]。川芎化学成分相当复杂,主要含具特殊臭味易挥发的油状生物碱、阿魏酸、酚性物质、挥发油及中性物质、 $\Delta\alpha,\beta,\gamma$ -不饱和内酯。此外,还含维生素 A、叶酸、甾醇、蔗糖、脂肪酸等。文献报道:川芎的总生物碱和酚性成分有较明显的扩张冠脉,增加冠脉血流量,降低心肌耗氧量,抑制 ADP 诱导的血小板的凝集,对已凝集的血小

板有解聚作用,降低血小板的表面活性等药理作用^[2]。

有较强生理活性的川芎嗪在川芎中含量为 0.01%~0.02%,阿魏酸在川芎中的含量约为 0.02%^[2]。

川芎嗪和阿魏酸总提物的提取方法多用乙醇提取,酸碱处理以及柱层析分离,但不适用于工业化生产。作者结合生产实际,对提取物中保留总生物碱以及酚类化合物的提取工

* Address: Deng Shaowei, National Committee on the Assessment of the Protected Traditional Chinese Medicine Products, Beijing

邓少伟 女,31 岁,1989 年毕业于北京中医药大学中药学院。曾在北京市东风制药厂工作,主要负责生产工艺及产品质量。现在国家中药保护品种审评委员会审评部工作。主要成就为组织研制中药四类新药“玄麦甘桔含片”,已获卫生部批准生产。